



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45091

Przemysłowy Instytut Elektroniki *)

Warszawa, Polska

Kl. 12 n. 1

CO1g 1/00

Sposób oczyszczania soli cynku, kadmu, metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych do bardzo wysokich czystości, zwłaszcza do celów produkcji luminoforów

Patent trwa od dnia 23 marca 1959 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania soli cynku, kadmu, metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych od miedzi, ołowiu i niklu, przy zastosowaniu odczynników ilościowo strącających śladowe ilości jonów tych zanieczyszczających wymienione sole metali.

Jak wiadomo, sole stosowane do produkcji luminoforów muszą odznaczać się bardzo wysokim stopniem czystości.

Znane dotychczas sposoby oczyszczania wyżej wymienionych soli do bardzo wysokich, a więc umożliwiających zastosowanie ich w produkcji luminoforów, czystości polegają na wypieraniu zanieczyszczeń z roztworów tych soli przez działanie czystych metali, a mianowicie: cynku dla soli cynku, kadmu dla roz-

tworów soli kadmu. Sposoby te są bardzo czasochłonne, ponieważ wymagają kilkudziesięciu godzinnego zetknięcia metalu oczyszczanym roztworem.

Wynalazek usuwa powyższą wadę. Stwierdzono, że można uzyskać sole cynku, kadmu, metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych o bardzo wysokiej czystości na drodze strącenia z ich roztworów niewielkich, śladowych ilości metali ciężkich szczególnie miedzi, ołowiu i niklu za pomocą znanych odczynników organicznych — dwuetylotiokarbaminianu sodowego (wytrącającego jony Pb i Cu) oraz soli sodowej dwumetylogliksymu (wytrącającego jony Ni) przy odpowiednim usuwaniu powstałych koloidalnych osadów.

W celu usunięcia tych osadów zastosowano znaną zasadę usuwania osadów koloidalnych z roztworów przez ich adsorpcję na adsorben-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Witold Piga.

cie. Zastosowanie tej znanej zasady do usunięcia bardzo niewielkich ilości koloidalnych osadów powstałych w wyniku reakcji jonów Pb, Cu i Ni z wyżej wymienionymi odczynnikami dało nieoczekiwany efekt w postaci uzyskania soli poddanych takiemu oczyszczaniu o czystości rzędu, na przykład $10^{-6}\%$ zanieczyszczeń Cu, a więc o czystości w zasadzie spektralnej. Takich czystości w żadnym przypadku nie można było osiągnąć nawet przy zastosowaniu najbardziej ilościowo strącanych odczynników i po ilościowym usunięciu powstałych osadów innymi sposobami (bez użycia adsorbenta).

W celu usunięcia zanieczyszczeń miedzi i ołowiu — roztwory soli cynku, kadmu, metali alkalicznych lub metali ziem alkalicznych zadaje się roztworami dwuetylotiokarbaminianu sodowego, a w przypadku usuwania miedzi, ołowiu i niklu zadaje się je dodatkowo roztworem soli sodowej dwumetylogliksymu, a następnie do środowiska reakcji wprowadza się węgiel aktywny o odczynie alkalicznym, przy czym roztwór poddaje się korzystnie mieszaniu i po upływie około jednej godziny oddziela się go w znany sposób od osadu. W oddzielonych roztworach znajdują się dane sole o bardzo wysokiej czystości. Zanieczyszczenia w tych roztworach stanowią Cu — rzędu $10^{-6}\%$ i Pb — rzędu $10^{-4}\%$.

Przykład. Do reaktora wyposażonego w mieszadło wprowadzono 100 l 2,5 m roztworu siarczanu cynkowego uwolnionego od żelaza i manganu, a zawierającego miedź i ołów w ilości odpowiadającej czystości technicznej. Roztwór ten zadano mieszając 1 litrem wodnego roztworu zawierającego 100 g dwuetylotiokarbaminianu sodowego, po czym mieszano roztwór około 30 minut i pozostawiono na dalsze 30 minut. Następnie wprowadzono miesza-

jąc 0,25 kg węgla aktywowanego o odczynie alkalicznym poddając roztwór dalszemu mieszaniu przez około pół godziny. Po około jednogodzinnym odstaniu osad odsączono na filtrze ze szkła piankowego G-4. Otrzymano roztwór siarczanu cynkowego o czystości rzędu $1 \cdot 10^{-6}\%$ Cu i $1 \cdot 10^{-4}\%$ Pb. Przy usuwaniu niklu postępowanie jest identyczne, przy czym wprowadza się dodatkowo roztwór zawierający 70 g dwumetylogliksymu i 50 g NaOH w 1 litrze (powstaje wtedy sól sodowa dwumetylogliksymu), przy czym powyższy roztwór stosuje się w następujących ilościach: na 100 l roztworu każdej z następujących soli: 0,5 l dla około 2,5 m $ZnSO_4$, 0,5 l dla około 2,5 m $CdSO_4$, 0,2 l dla około 5 m NaCl i 0,4 l dla około 3 m $MgCl_2$.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania soli cynku, kadmu, metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych do bardzo wysokich czystości, zwłaszcza dla celów produkcji luminoforów, przy zastosowaniu znanych odczynników strącających poszczególne zanieczyszczenia, znamienny tym, że w celu usunięcia zanieczyszczeń miedzi i ołowiu, roztwory tych soli zadaje się roztworem dwuetylotiokarbaminianu sodowego, a w przypadku usuwania miedzi ołowiu i niklu zadaje się je dodatkowo roztworem soli sodowej dwumetylogliksymu, a następnie do środowiska reakcji wprowadza się węgiel aktywowany o odczynie alkalicznym jako adsorbent, przy czym roztwór poddaje się korzystnie mieszaniu i po około jednogodzinnym odstaniu oddziela się go w znany sposób od osadu.

Przemysłowy Instytut
Elektroniki

Zastępca: inż. Zbigniew Kamiński
rzecznik patentowy